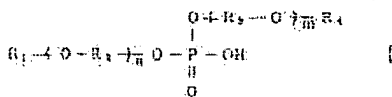
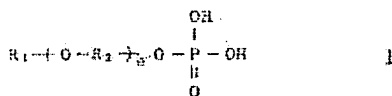


## OIL IN WATER TYPE EMULSION COMPOSITION

**Publication number:** JP61086940 (A)  
**Publication date:** 1986-05-02  
**Inventor(s):** SUKAI ICHIRO; TAKEMA YOSHINORI; ARISAWA MASATOSHI  
**Applicant(s):** KAO CORP.  
**Classification:**  
 - international: B01F17/14; A61K8/06; A61K8/55; A61K8/92; A61K9/10; A61K9/107; A61Q17/00; A61Q19/00; B01F17/42; B01J13/00; B01F17/14; A61K8/04; A61K8/30; A61K8/92; A61K9/10; A61K9/107; A61Q17/00; A61Q19/00; B01F17/42; B01J13/00; (IPC1-7); A61K7/00; A61K9/10  
 - European: A61K8/55; A61Q17/00; A61Q19/00  
**Application number:** JP19840206513 19841002  
**Priority number(s):** JP19840206513 19841002

## Abstract of JP 61086940 (A)

**PURPOSE:** To reduce the irritation to the skin and to improve stability, by adding an oil component to a mixture of polyhydric alcohol having two or more hydroxyl groups in the molecule thereof, alkyl phosphate and a base before further adding water thereto. **CONSTITUTION:** 5-98wt% (on the basis of a total composition, same hereinbelow) of polyhydric alcohol having two or more of hydroxyl groups in the molecule thereof, 0.1-5wt% of alkyl phosphate and 0.01-4wt% of a base are mixed under heating to prepare a gel like composition. 1-90wt% of an oil component is added to this composition to prepare an oil in water type emulsion composition. As alkyl phosphate, a compound represented by formula I or II (wherein R1 and R4 are an 8-22C straight chain alkyl group or an 8-22C straight chain alkenyl group, R3 and R4 are an ethylene group or a propyl group and m and n are 0-30) is designated.



Data supplied from the esp@cenet database — Worldwide

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑪ 公開特許公報(A) 昭61-86940

⑫ Int. Cl.<sup>4</sup> 識別記号 庁内整理番号 ⑬ 公開 昭和61年(1986)5月2日  
B 01 J 13/00 8317-4G  
A 61 K 7/00 7306-4C  
B 01 F 9/10 6742-4C  
17/14 8317-4G  
17/42 8317-4G 審査請求 未請求 発明の数 1 (全6頁)

⑭ 発明の名称 水中油型乳化組成物

⑮ 特 願 昭59-206513

⑯ 出 願 昭59(1984)10月2日

⑰ 発 明 者 須 貝 一 郎 佐倉市中志津3丁目28  
⑱ 発 明 者 武 馬 吉 則 東京都北区西ヶ原4-63-10  
⑲ 発 明 者 有 沢 正 俊 松戸市小山523-8  
⑳ 出 願 人 花王石鹸株式会社 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号  
㉑ 代 理 人 弁理士 有 賀 三 幸 外2名

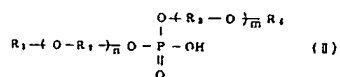
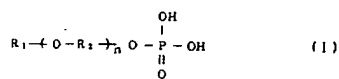
明 細 書

1. 発明の名称

水中油型乳化組成物

2. 特許請求の範囲

- 分子内に2個以上の水酸基を有する多価アルコール、アルキルリン酸エステル及び塩基を加え混合して得られるゲル状組成物に油分を加え更に水を加えてなる水中油型乳化組成物。
- アルキルリン酸エステルが次式(Ⅰ)又は(Ⅱ)及び(Ⅲ)



(式中、R<sub>1</sub>及びR<sub>2</sub>は炭素数8～22の直鎖アルキル基又は直鎖アルケニル基を示し、R<sub>3</sub>及びR<sub>4</sub>はエチレン基又はプロピレン基を示し、n及びmは0～30の数を示す)

で表わされるものである特許請求の範囲第1項記載の水中油型乳化組成物。

- 全組成に対して、多価アルコールが5～98重量%、アルキルリン酸エステルが0.1～15重量%、塩基が0.01～14重量%、油分が1～90重量%及び水が1～90重量%である特許請求の範囲第1項又は第2項記載の水中油型乳化組成物。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は水中油型乳化組成物、更に詳細には、乳化剤としてアルキルリン酸エステル塩を利用した、安全性が高く、使用感が良好で、刺激性が少ない、化粧料又は医薬品基剤として好適な水中油型乳化組成物に関する。

(従来の技術)

従来、化粧料等に用いられる水中油型乳化組成物は、一般に油基剤を通常の界面活性剤で乳化する方法によつて製造されていた。しかし、従来使用されていた界面活性剤は大量に使用すると皮膚

刺激を与えるという問題点があつた、そのため皮膚刺激のない安全な乳化剤についての研究がなされ、近年、シロ糖脂脂肪酸エステルと非イオン界面活性剤を用いて多価アルコール中油型乳化組成物を得る方法が報告された(特開昭56-55306号)。

〔発明が解決しようとする問題点〕

しかしながら、この方法によつて得られた多価アルコール中油型乳化組成物に水を加えてなる水中油型乳化組成物は乳化安定性はよいが、使用時のべとつき、保存後の変色、脂肪酸臭の発生等問題がある。

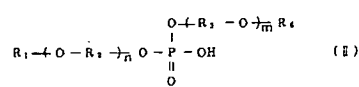
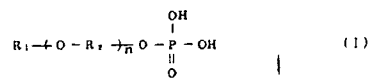
〔問題点を解決するための手段〕

本発明者は、皮膚に対する刺激性が低く、かつ、安定性、使用感ともに優れた乳化組成物を得るべく鋭意研究を重ねた結果、多価アルコールにアルキルリン酸エステル及び塩基を加えて加熱混合して得られるゲル状組成物に油分を加え、更に水を加えて混合することにより上記目的に叶つた水中油型乳化組成物が得られることを見出し、本発明

を完成した。

すなわち本発明は、分子内に2個以上の水酸基を有する多価アルコール、アルキルリン酸エステル及び塩基を加熱混合して得られるゲル状組成物に油分を加え、更に水を加えてなる水中油型乳化組成物を提供するものである。

本発明で使用するアルキルリン酸エステルは、置換度2以下の化合物であり、例えば次式(I)又は/及び(II)



(式中、 $R_1$ 及び $R_2$ は炭素数8~22の直鎖アルキル基又は直鎖アルケニル基を示し、 $R_3$ 及び $R_4$ はエチレン基又はプロピレン基を示し、 $m$ 及び $n$ は0~30の数を示す)

で表わされるものが好適なものとして挙げられる。

アルキルリン酸エステルは、本発明の水中油型乳化組成物の全組成に対し0.1~15.0重量%以下、単位でも示す)、好ましくは1.0~10.0%配合される。0.1%より少ない場合には、当該ゲル状組成物を形成せず、15.0%を超える場合にはゲルが固化してしまい好ましくない。なお、アルキルリン酸エステルは、モノエステル/ジエステル比(重量比)が1以上となるように使用するのが好ましい。

本発明で使用する塩基としては、例えば水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化リチウム等のアルカリ金属水酸化物、トリエタノールアミン、ジエタノールアミン、モノエタノールアミン等の炭素数2又は3のヒドロキシアルキル基を有するアルカノールアミン；DL-アルギニン、D-アルギニン、L-アルギニン、DL-リジン、D-リジン、L-リジン、DL-オルニチン、D-オルニチン、L-オルニチン等の塩基性アミノ酸が挙げられ、就中特に塩基性アミノ酸が好ましい。これらの塩基は、単独又は2種以上を組み

合せて、本発明の水中油型組成物の全組成に対し0.01~14.0%、好ましくは0.5~10.0%配合される。

また、本発明で使用する分子内に2個以上の水酸基を有する多価アルコールとしては、例えばプロピレングリコール、1,3-ブタンジオール、ジプロピレングリコール、グリセリン、ジグリセリン、ポリグリセリン、トリメチロールプロパン、エリスリトール、ペンタエリスリトール、ソルビタン、グルコース、ソルビトール、マルチトール、サッカロース、トレハロース、ポリオキシエチレンメチルグルコシド、ポリオキシプロピレンメチルグルコシドが挙げられ、就中特に1,3-ブタンジオール、ジプロピレングリコール、グリセリン、ソルビトール、マルチトールが好ましい。これらは単独又は2種以上を組み合せて使用される。分子内に2個以上の水酸基を有する多価アルコールの使用量は、乳化組成物の使用感、粘り性などにより変化するが、本発明の水中油型乳化組成物の全組成に対し5~98%、好ましくは15

～80%配合される。

本発明で使用する油分は、化粧品、医薬品等に通常使用される範囲で固体から液体のものまでいずれをも使用でき、例えば炭化水素類、高級アルコール高級脂肪酸エステル類、グリコール高級脂肪酸エステル類、高級アルコール類、高級脂肪酸類、飽和植物油、コレステロール脂肪酸エステル類、香料等が挙げられ、好ましいものとしては流動パラフィン、スクワラン、イソステアリルコレステリルエステル、2-エタールヘキサントリグリセリド、ミリスチン酸インプロピル、ワセリン等が挙げられる。これらは単独で又は2種以上を組み合わせて使用される。油分は、乳化組成物の使用目的により、本発明の水中油型乳化組成物の全組成に対し1.0～90.0%、好ましくは10～80%配合される。

また、水分量は乳化組成物の使用目的、必要とする物性に応じて適宜選択しうるが、1～90%、特に5～70%の範囲が好ましい。

本発明の水中油型乳化組成物を製造するには、

合することができる。

#### 〔作用〕

分子内に2個以上の水酸基を有する多価アルコールにアルキルリン酸エステル及び塩基を加え加熱混合すると、特にアルキルリン酸エステル及び塩基の優れた乳化作用により、ゲル状の均一で安定な強固な構造を有する凝晶相が形成される。かかる均一相に油分を加えると、油分は多価アルコール相に均一に内包される。更に、これに水を加えて混合することにより、他の乳化剤あるいは強力なエネルギーを加えるといった物理的手段を要せず、微粒子の均一な水中油型乳化組成物が形成される。

#### 〔発明の効果〕

本発明の水中油型乳化組成物は均一で、皮膚への刺激が低く、保存安定性、匂いの安定性に優れ、しかも使用感が良好であるので、乳化化粧品、医薬品、医薬部外品等好適に使用できる。

#### 〔実施例〕

次に実施例を挙げて本発明を説明するが、本発

明はこれら実施例に制限されるものではない。

まず分子内に2個以上の水酸基を有する多価アルコール、アルキルリン酸エステル及び塩基を加え混合してゲル状組成物を得る。この場合、アルキルリン酸エステル及び塩基は、多価アルコールに個々に配合しても、予め別の系で部分的に又は完全に中和したアルキルリン酸エステル中和物の形で配合することもできる。そして、アルキルリン酸エステルは多価アルコールの1/100～2重量倍、好ましくは1/20～2/3重量倍、塩基は水中油型乳化組成物のpHが2～10、好ましくは4～7になるように配合される。次いで、上記ゲル状組成物に油分を加え十分攪拌混合し、更に水を加えて攪拌混合する。油分は、ゲル状組成物に対し、1/100～10重量倍、特に1/50～5重量倍配合するのが好ましい。また、水分はゲル状組成物に対し1/100～10重量倍、特に1/50～5重量倍とするのが好ましい。

本発明の水中油型乳化組成物には、上記必須成分のほか、化粧品、医薬品等に通常使用される香料、薬効成分、殺菌剤、色素等を必要に応じて配

明はこれら実施例に制限されるものではない。

#### 実施例1

下記第1表に示す乳化組成物を次の方法により調製し、その外観、使用感、硬さ及び安定性を評価した。結果を第1表に示す。

#### 〔製造法〕

表中、①～⑤を70℃に加熱混合溶解し、第1次ゲル状組成物を調製する。これに予め70℃に加熱混合した⑥を徐々に加えラミクサーで攪拌混合する。次いで、更に⑦を徐々に加えラミクサーで攪拌混合し乳化する。これを30℃まで攪拌冷却して本発明乳化組成物を得る。

以下各表

特開昭61- 86940 (4)

第 1 表

	乳化組成物	本 発 明 品				
		1	2	3	4	5
組 成 物	①グリセリン	10	20	30	40	50
	②セチルリン酸	2	2	2	2	2
	③レ-アルギニン	1	1	1	1	1
	④洗剤パライン	70	60	50	40	30
	⑤精製水	17	17	17	17	17
内 相 比*		0.84	0.72	0.60	0.48	0.36
特 性	外 観	白色クリ-ム状	・	・	・	・
	使用感	べとつかず きつぱり	・	・	・	・
	硬さ(25℃)	やや硬い	良好	良好	良好	やや軟かい
	安定性 (1ヶ月後)	良 好	・	・	・	・

\* 内 相 比 : ④ / ( ① + ② + ③ + ④ + ⑤ )

実施例 2

下記第 2 表に示す乳化組成物を次の方法により調製し、その外観、乳化粒子の粒径、安定性、硬さ及び使用感を評価した。結果を第 2 表に示す。

( 製 造 法 )

実施例 1 と同様に、ソルビトール、ラウリルリン酸及び水酸化カリウムを加熱混合し、その中にスクワラン、イノステアシルコレステリルエステルを徐々に混合し、更に水を加えて配合物を調製した。

以下空白

第 2 表

	乳 化 組 成 物	比較品	本 発 明 品					比較品
		A	7	8	9	10	11	B
組 成 物	ソルビトール	30	30	30	30	30	30	30
	ラウリルリン酸	0	0.1	1.0	5.0	10	15	20
	水酸化カリウム	0	0.037	0.37	1.84	3.68	5.52	7.36
	スクワラン	20	20	20	20	20	20	20
	イノステアシルコレステリルエステル	20	20	20	20	20	20	20
	精製水	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス
特 性	外 観	分離	白色クリーム状	・	・	・	・	固化
	乳化粒子の粒径	分離	1~3μ	1~2μ	1~2μ	1~5μ	1~5μ	不均一
	安定性(40℃、2日)	不良	良好	・	・	・	・	不良
	硬さ(25℃)	軟かい(不良)	やや軟かい	良好	・	・	やや硬い	硬い(不良)
	使用感	べとつく	良好	・	・	・	・	べとつく

比較品 A は、ソルビトール、油性成分のゲル状物は全くできず、水添加により速かに分離した。

比較品 B は、加熱乳化時は白色クリーム状であるが、冷却により固化し、やがて分離した。これに対し、本発明品はいずれも良好な乳化物であつた。

### 実施例 3

下記第 3 表に示す乳化組成物を実施例 1 と同様にして調製し、その外観、硬さ、分離安定性、匂いの安定性及び使用感を評価した。結果を第 3 表に示す。

... 下 白

第 3 表

	乳 化 組 成 物	本 発 明 品						比較品
		12	13	14	15	16	17	C
組 成 部 分 (%)	ポリオキシエチレンノナリコシド(10E-0.)	20	20	20	20	20	20	20
	シヨロパルミチン酸	0	0	0	0	0	0	2
	ステアリン酸混合エステルソルビタンセスキオレート	0	0	0	0	0	0	1
	ステアリルリン酸	1	1	1	1	1	1	0
	レ-アルギニン	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0
	2-エタールヘキサン酸トリブチレート	20	20	20	20	20	20	20
	イノスタリルコレステリルエステル	0	10	20	30	40	50	30
	精製水	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス
性 質	外 観	白色クリーム状	・	・	・	・	・	・
	硬 さ (25℃)	良好	・	・	・	・	・	・
	分離安定性 (40℃、2時間)	良好	・	・	・	・	・	・
	匂いの安定性 (40℃、2時間)	良好	・	・	・	・	・	不良(脱脂臭)
	使用感	良好	・	・	・	・	・	べとつく

特開昭61- 86940 (6)

比較品Cは乳化剤としてシロリン酸脂肪酸エステルを使つたものであり、組成物の外観、硬さ、分離安定性は本発明品と同等であるが、匂いの安定性が悪いこと、べとついて使用感が悪いこと等の欠点を有してゐた。これに対し、本発明品は、匂いの安定性、使用感の点でも良好なものであつた。

実施例4

化粧料(クリーム)

(組成)

グリセリン	25 (g)
プロピレングリコール	5
ラウリルリン酸	3
ジラウリルリン酸	1
レ-アルギニン	1.8
2-エチルヘキサン酸トリグリセリド	15
スクワラン	15
インステアリルニレステリルエステル	30
酢酸-d-α-トコフェロール	0.2
ジブチルヒドロキシトルエン	0.01
メチルパラベン	0.1

(用液)

グリセリン	40 (g)
セチルリン酸	4
水酸化ナトリウム	0.5
ワセリン	50
BHT	0.01
ブチルパラベン	0.05

精製水

バランス

この基剤をベースにすることにより、種々の香料性薬剤を練り込むことができる。

以上

精製水

バランス

リッチな感度で使用感がよく、乳化安定性、匂いの安定性も良好であつた。

実施例5

化粧料(乳液)

(組成)

1,3-ブチレングリコール	10 (g)
ジプロピレングリコール	5
ポリオキシエチレンセチルリン酸	5
(20 E.O.)	
水酸化カリウム	0.25
流動パラフィン	5
ミリスチン酸イソプロピル	10
ワセリン	4
メチルパラベン	0.2

精製水

バランス

べとつかず、さつぱりして使用感がよく、乳化安定性、匂いの安定性も良好であつた。

実施例6

医薬品基剤